



BEST AVAILABLE COPY

Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 199 52 851.9

Anmeldetag: 3. November 1999

Anmelder/Inhaber: Bayer Aktiengesellschaft, 51368 Leverkusen/DE;
Bayer Antwerpen N.V., Antwerpen/BE.

Bezeichnung: Polycarbonat-Substrate

IPC: C 08 G, C 08 L

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 14. Juli 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Stanschus

Polycarbonat-Substrate

Die Erfindung betrifft Polycarbonat-Substrate hergestellt auf Basis von 1,1-Bis-(4-
5 hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexanon sowie deren Verwendung zur Herstellung von Formkörpern mit besonders hoher Reinheit und extrem hoher Oberflächenbrillanz sowie die aus dem Polycarbonat-Substrat herstellbaren Formkörper.

10 Für bestimmte Formkörper wie insbesondere Verscheibungen für Kraftfahrzeuge und Streuscheiben für Kraftfahrzeug-Reflektoren, bei denen eine hohe Lichttransmission ohne Störstellen im Formteil von enormer Wichtigkeit sind wird hochreines Polycarbonat benötigt.

Polycarbonat wird nach dem sogenannten Phasengrenzflächenverfahren hergestellt,
15 dabei werden Dihydroxydiarylalkane in Form ihrer Alkalisalze mit Phosgen in heterogener Phase in Gegenwart von anorganischen Basen wie Natronlauge und einem organischen Lösungsmittel, in dem das Produkt Polycarbonat gut löslich ist, umgesetzt. Während der Reaktion ist die wäßrige Phase in der organischen Phase verteilt und nach der Reaktion wird die organische, Polycarbonat enthaltende Phase mit einer
20 wäßrigen Flüssigkeit gewaschen, wobei unter anderem Elektrolyte entfernt werden sollen, und die Waschflüssigkeit anschließend abgetrennt.

In der japanischen Anmeldung JP-A 07 19 67 83 wird ein Verfahren zur Herstellung von Polycarbonat beschrieben, bei dem zur Erzielung eines günstigen Farbverhaltens
25 der Gehalt von Eisen in der eingesetzten Natronlauge unterhalb von 2 ppm liegen soll.

Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist die Bereitstellung eines alternativen und verbesserten Verfahrens zur Herstellung von reinem Polycarbonat-Substraten sowie
30 die Bereitstellung von Polycarbonat-Formkörpern mit besonders hoher Reinheit.

Überraschenderweise wurde nun gefunden, daß aus Polycarbonat-Substraten hergestellt auf Basis von 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexanon mit mittleren Molekulargewichten von 25.000 bis 400.000, die nach einem speziellen Verfahren hergestellt werden, Polycarbonat-Formkörper mit besonders hoher Oberflächenbrillianz und Reinheit erhalten werden.

Gegenstand der Anmeldung sind daher Polycarbonat-Substrate hergestellt auf Basis von 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexanon mit einer Anzahl von weniger als 250, insbesondere weniger als 150 Störstellen pro m² gemessen an einer 200 µm Extrusionsfolie.

Ein weiterer Gegenstand der Anmeldung sind Formkörper und Folien, insbesondere Verscheibungen für Kraftfahrzeuge und Streuscheiben für Automobil-Reflektoren auf Basis von Polycarbonat-Substraten, hergestellt auf Basis von 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexanon, mit einer Anzahl von weniger als 250, insbesondere weniger als 150 Störstellen pro m² gemessen an einer 200 µm Extrusionsfolie.

Die erfindungsgemäßen Polycarbonat-Substrate werden erhalten, wenn nach einem speziellen Verfahren gearbeitet wird.

Gegenstand der Anmeldung ist daher ein Verfahren zur Herstellung von Polycarbonat nach dem Phasengrenzflächenverfahren, wobei Dihydroxydiarylalkane in Form ihrer Alkalisalze mit Phosgen in heterogener Phase in Gegenwart von Natronlauge und einem organischen Lösungsmittel umgesetzt wird, dadurch gekennzeichnet, daß

- a) die Einsatzstoffe arm an Fe-, Cr-, Ni-, Zn-, Ca-, Mg-, Al-Metallen oder ihren Homologen sind
- b) das organische Lösungsmittel abgetrennt und
- c) das erhaltene Polycarbonat aufgearbeitet wird.

Im Sinne der Erfindung bedeutet arm an den genannten Metallen oder ihren chemischen Homologen, daß vorzugsweise nicht mehr als 2 ppm, bevorzugt nicht mehr als 1 ppm und besonders bevorzugt nicht mehr als 0,5 ppm und ganz besonders
5 bevorzugt nicht mehr als 0,2 ppm Gesamt-Metall, insbesondere der oben aufgezählten Metalle und deren Homologen in den Einsatzstoffen enthalten ist. Von diesen Grenzwerten sind die Alkalimetalle ausgenommen.

Bevorzugt sollte der Einsatzstoff Natronlauge arm an den genannten Metallen sein. Insbesondere sollte bezogen auf einen 100 gew.-%-igen NaOH-Gehalt die Natronlauge jeweils nicht mehr als 1 ppm, vorzugsweise nicht mehr als 0,5 ppm, bevorzugt
10 nicht mehr als 0,3 ppm an Erdalkalimetall oder dessen Homologen enthalten. Insbesondere sollte der Einsatzstoff Natronlauge bezogen auf einen 100 gew.-%-igen NaOH-Gehalt nicht mehr als 1 ppm, vorzugsweise nicht mehr als 0,5 ppm, bevorzugt
15 nicht mehr als 0,1 ppm Eisen enthalten.

Die Natronlauge wird im erfindungsgemäßen Verfahren vorzugsweise als 20-55 gew.-%ige, besonders bevorzugt 30-50 gew.-%ige Lösung eingesetzt.

20 Natronlauge mit den oben angegebenen Grenzwerten ist nach dem literaturbekannten Membranverfahren erhältlich.

In einer bevorzugten Ausführungsform sind neben der Natronlauge auch die Einsatzstoffe Bisphenol, insbesondere Bisphenol und Wasser, ganz besonders bevorzugt das
25 Bisphenol, Wasser und das organische Lösungsmittel Metallarm, insbesondere arm an Fe, Cr, Ni, Zn, Ca, Mg, Al.

Dabei sind auch Ausführungsformen eingeschlossen, bei denen aus Natronlauge und Bisphenol(en) vorher Natriumbisphenolat(lösung) hergestellt wurde.

Diese metallarmen Einsatzstoffe werden dadurch erhalten, daß das Lösungsmittel in einer bevorzugten Variante destilliert, das Bisphenol kristallisiert, bevorzugt mehrfach kristallisiert oder destilliert und Wasser in VE-Qualität eingesetzt wird.

- 5 Das VE-Wasser ist vorzugsweise entsalzt, entgast und/oder entkieselt. Als Qualitätskriterium dient z.B. die elektrische Leitfähigkeit (Summenparameter für ionogene Stoffe der noch in Spuren im Wasser vorhandenen Salze) wobei im erfindungsgemäßen Verfahren das VE-Wasser durch eine elektrische Leitfähigkeit von $0,2 \mu\text{S/cm}$ (DIN 38404 C 8) und einer SiO_2 -Konzentration von $0,02 \text{ mg/kg}$ (VGB 3.3.1.1) oder jeweils weniger gekennzeichnet ist.

- 10 In einer weiter bevorzugten Ausführungsform werden aus der Gruppe der Einsatzstoffe mindestens die Natronlauge, bevorzugt zusätzlich auch das Bisphenol, besonders bevorzugt die Natronlauge, das Bisphenol und das Wasser, ganz besonders
15 bevorzugt die Natronlauge, das Bisphenol, das Wasser und das organische Lösungsmittel mindestens einmal, bevorzugt zweimal, besonders bevorzugt stufenweise dreimal vor dem Beginn der Reaktion filtriert.

- 20 Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist, ein Verfahren zur Herstellung von Polycarbonat nach dem Phasengrenzflächenverfahren, wobei Dihydroxydiarylalkane in Form ihrer Alkalisalze mit Phosgen in heterogener Phase in Gegenwart von Natronlauge und einem organischen Lösungsmittel umgesetzt wird, dadurch gekennzeichnet, daß

- 25 a) die Einsatzstoffe arm an Fe-, Cr-, Ni-, Zn-, Ca-, Mg-, Al-Metallen oder ihren Homologen sind,
b) das organische Lösungsmittel abgetrennt und
c) das erhaltene Polycarbonat aufgearbeitet wird;
d) die bei der Reaktion entstehende wäßrige Phase abgetrennt und die abge-
30 trennte organische Polycarbonat-Phase mit einer wäßrigen Flüssigkeit gewaschen und

- e) die gewaschene und von der Waschflüssigkeit abgetrennte organische Polycarbonat-Phase, gegebenenfalls nach einer Filtration, erwärmt und mindestens einmal heiß filtriert wird.

5 In einer bevorzugten Ausführungsform wird in Verfahrensschritt d) direkt nach der Reaktion die Reaktionsmischung filtriert und/oder die erhaltenen und abgetrennte organische Polycarbonat-Phase filtriert und/oder die in Verfahrensschritt e) abgetrennte organische Polycarbonat-Phase filtriert.

10 Vorzugsweise werden mindesten zwei dieser Filtrationen, insbesondere alle drei Filtrationen durchgeführt.

In einer bevorzugten Variante wird, insbesondere bei der Heißfiltration, mindestens einmal, bevorzugt zweimal, besonders bevorzugt mindestens dreimal, insbesondere
15 stufenweise filtriert. Bei der stufenweise Filtration beginnt man mit gröberen Filtern, um dann zu feineren Filtern zu wechseln. Bevorzugt ist, daß man die Filtration der zweiphasigen Medien in Verfahrensschritt d) mit gröberen Filtern durchführt.

Im Verfahrensschritt e) werden für die Heißfiltration Filter mit kleiner Porengröße
20 eingesetzt. Hierfür ist wichtig, daß die Polycarbonat-Phase als möglichst homogene Lösung vorliegt. Dies wird durch Erwärmen der, im allgemeinen noch Reste von wäßriger Waschflüssigkeit enthaltenden, organischen Polycarbonat-Phase erreicht. Dabei wird die Waschflüssigkeit gelöst und eine klare Lösung entsteht. Die zuvor gelösten Verunreinigungen, insbesondere die gelösten Alkalisalze, fallen aus und
25 können abfiltriert werden.

Zur Erreichung einer homogenen Lösung kann neben dem oben beschrieben Verfahren auch das bekannte Ausfrier-Verfahren eingesetzt werden.

30 Zur Durchführung der erfindungsgemäßen Filtration werden Membranfilter und Sintermetallfilter oder auch Beutelfilter als Filter eingesetzt. Die Porengröße der

Filter betragen in der Regel 0,01 bis 5 μm , vorzugsweise 0,02 bis 1,5 μm , bevorzugt etwa 0,05 μm bis 1,0 μm . Solche Filter sind im Handel beispielsweise von den Firmen Pall GmbH, D-63363 Dreieich, und Krebsböge GmbH, D-42477 Radevormwald, (Typ SIKA-R CU1AS) erhältlich.

5

Durch die Kombination der erfindungsgemäßen Verfahren werden deutlich bessere Filterstandzeiten erhalten.

10

Die Durchführung der anderen Verfahrensschritte ist im allgemeinen bekannt. So wird während der Reaktion die wäßrige Phase in der organischen Phase emulgiert. Dabei entstehen Tröpfchen unterschiedlicher Größe. Nach der Reaktion wird die organische, das Polycarbonat enthaltende Phase, üblicherweise mehrmals mit einer wäßrigen Flüssigkeit gewaschen und nach jedem Waschvorgang von der wäßrigen Phase soweit wie möglich getrennt. Die Wäsche erfolgt bevorzugt mit feinstfiltriertem, metallarmen Wasser. Die Polymerlösung ist nach der Wäsche und Abtrennung der Waschflüssigkeit üblicherweise trüb. Als Waschflüssigkeit werden wäßrige Flüssigkeit zur Abtrennung des Katalysators, eine verdünnte Mineralsäure wie HCl oder H_3PO_4 und zur weiteren Reinigung vollentsalztes Wasser eingesetzt. Die Konzentration von HCl oder H_3PO_4 in der Waschflüssigkeit kann beispielsweise 0,5 bis 1,0 Gew.-% betragen. Die organische Phase wird beispielhaft und vorzugsweise fünfmal gewaschen.

15

20

25

Als Phasentrennvorrichtungen zur Abtrennung der Waschflüssigkeit von der organischen Phase können grundsätzlich bekannte Trenngefäße, Phasenseparatoren, Zentrifugen oder Coalescer oder auch Kombinationen dieser Einrichtungen verwendet werden.

30

Zum Erhalt des hochreinen Polycarbonats wird das Lösungsmittel abgedampft. Das Abdampfen kann in mehreren Verdampferstufen erfolgen. Gemäß einer weiteren bevorzugten Ausführungsform dieser Erfindung kann das Lösungsmittel oder ein Teil des Lösungsmittels durch Sprühtrocknung entfernt werden. Das hochreine Poly-

carbonat fällt dann als Pulver an. Gleiches gilt für die Gewinnung des hochreinen Polycarbonats durch Fällung aus der organischen Lösung und anschließender Resttrocknung. Beispielsweise ist die Extrusion ein geeignetes Mittel zur Verdampfung von Restlösungsmittel. Eine andere Technologie stellt die Strangverdampfer-
5 technologie dar.

Als Bisphenole werden 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexanon sowie 2,2-Bis-(4-hydroxyphenyl)-propan (BPA/Bisphenol-A) gegebenenfalls deren Gemische eingesetzt, wobei das 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclo-
10 hexanon immer in Mengen >0,1 Mol-% anwesend ist. Bevorzugte 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexanonkonzentrationen liegen bei 10-100 Mol-%. Die erfindungsgemäß einzusetzenden Bisphenolverbindungen werden mit Kohlensäureverbindungen, insbesondere Phosgen, umgesetzt.

15 Die Polyestercarbonate werden durch Umsetzung der bereits genannten Bisphenole, mindestens einer aromatischen Dicarbonsäure und gegebenenfalls Kohlensäure erhalten. Geeignete aromatische Dicarbonsäuren sind beispielsweise Orthophthalsäure, Terephthalsäure, Isophthalsäure, 3,3'- oder 4,4'-Diphenyldicarbonsäure und Benzo-
phenondicarbonsäuren.

20 In dem Verfahren verwendete inerte organische Lösungsmittel sind beispielsweise Dichlormethan, die verschiedenen Dichlorethane und Chlorpropanverbindungen, Chlorbenzol und Chlortoluol, vorzugsweise werden Dichlormethan und Gemische aus Dichlormethan und Chlorbenzol eingesetzt.

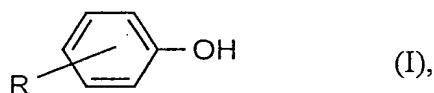
25 Die Reaktion kann durch Katalysatoren, wie tertiäre Amine, N-Alkylpiperidine oder Oniumsalze beschleunigt werden. Bevorzugt werden Tributylamin, Triethylamin und N-Ethylpiperidin verwendet. Als Kettenabbruchmittel und Molmassenregler können ein monofunktionelles Phenol, wie Phenol, Cumylphenol, p.-tert.-Butylphenol oder
30 4-(1,1,3,3-Tetramethylbutyl)phenol verwendet werden. Als Verzweiger kann beispielsweise Isatinbiscresol eingesetzt werden.

Zur Herstellung der hochreinen Polycarbonate werden die Bisphenole in wäßriger alkalischer Phase, vorzugsweise Natronlauge, gelöst. Die gegebenenfalls zur Herstellung von Copolycarbonaten erforderlichen Kettenabbrecher werden in Mengen von 1,0 bis 20,0 Mol-% je Mol Bisphenol, in der wäßrigen alkalischen Phase gelöst oder zu dieser in einer inerten organischen Phase in Substanz zugegeben. Anschließend wird Phosgen in den die übrigen Reaktionsbestandteile enthaltenden Mischer eingeleitet und die Polymerisation durchgeführt.

Gegebenenfalls einzusetzende Kettenabbrecher sind sowohl Monophenole als auch Monocarbonsäuren. Geeignete Monophenole sind Phenol selbst, Alkylphenole wie Kresole, p-tert.-Butylphenol, p-Cumylphenol, p-n-Octylphenol, p-iso-Octylphenol, p-n-Nonylphenol und p-iso-Nonylphenol, Halogenphenole wie p-Chlorphenol, 2,4-Dichlorphenol, p-Bromphenol und 2,4,6-Tribromphenol sowie deren Mischungen.

Geeignete Monocarbonsäuren sind Benzoesäure, Alkylbenzoesäuren und Halogenbenzoesäuren.

Bevorzugte Kettenabbrecher sind die Phenole der Formel (I)



worin

R Wasserstoff, tert.-Butyl oder ein verzweigter oder unverzweigter C₈- und/oder C₉-Alkylrest ist.

Bevorzugter Kettenabbrecher ist Phenol und p-tert.-Butylphenol.

Die Menge an einzusetzendem Kettenabbrecher beträgt 0,1 Mol-% bis 5 Mol-%, bezogen auf Mole an jeweils eingesetzten Diphenolen. Die Zugabe der Kettenabbrecher kann vor, während oder nach der Phosgenierung erfolgen.

5 Gegebenenfalls kann der Reaktion noch Verzweiger zugesetzt werden. Bevorzugte Verzweiger sind die in der Polycarbonatchemie bekannten tri- oder mehr als trifunktionellen Verbindungen, insbesondere solche mit drei oder mehr als drei phenolischen OH-Gruppen.

10 Verzweiger sind beispielhaft und vorzugsweise auch Phloroglucin, 4,6-Dimethyl-2,4,6-tri-(4-hydroxyphenyl)-hepten-2, 4,6-Dimethyl-2,4,6-tri-(4-hydroxyphenyl)-heptan, 1,3,5-Tri-(4-hydroxyphenyl)-benzol, 1,1,1-Tri-(4-hydroxyphenyl)-ethan, Tri-(4-hydroxyphenyl)-phenylmethan, 2,2-Bis-[4,4-bis-(4-hydroxyphenyl)-cyclohexyl]-propan, 2,4-Bis-(4-hydroxyphenyl-isopropyl)-phenol, 2,6-Bis-(2-hydroxy-5'-methylbenzyl)-4-methylphenol, 2-(4-Hydroxyphenyl)-2-(2,4-dihydroxyphenyl)-propan, Hexa-(4-(4-hydroxyphenyl-isopropyl)-phenyl)-orthoterephthalsäureester, Tetra-(4-hydroxyphenyl)-methan, Tetra-(4-(4-hydroxyphenyl-isopropyl)-phenoxy)-methan und 1,4-Bis-(4',4''-dihydroxytriphenyl)-methyl-benzol sowie 2,4-Dihydroxybenzoesäure, Trimesinsäure, Cyanurchlorid und 3,3-Bis-(3-methyl-4-hydroxyphenyl)-2-oxo-2,3-dihydroindol.

15

20

Die Menge der gegebenenfalls einzusetzenden Verzweiger beträgt 0,05 Mol-% bis 2 Mol-%, bezogen wiederum auf Mole an jeweils eingesetzten Diphenolen.

25 Die Verzweiger können entweder mit den Diphenolen und den Kettenabbrechern in der wässrig alkalischen Phase vorgelegt werden, oder in einem organischen Lösungsmittel gelöst vor der Phosgenierung zugegeben werden.

Ein Teil, bis zu 80 Mol-%, vorzugsweise von 20 bis 50 Mol-% der Carbonatgruppen in den Polycarbonaten können durch aromatische Dicarbonsäureestergruppen ersetzt sein.

30

Die erfindungsgemäßen Polycarbonate sind sowohl Homopolycarbonate als auch Copolycarbonate und deren Gemische. Die erfindungsgemäßen Polycarbonate können aromatische Polyester-carbonate sein oder Polycarbonate, die im Gemisch mit
5 aromatischen Polyester-carbonaten vorliegen. Der Begriff Polycarbonat steht stellvertretend für die nach den erfindungsgemäßen Verfahren erhältlichen Polycarbonat-Substrate.

Die Polycarbonate haben mittlere Molekulargewichte M_w (ermittelt durch Messung
10 der relativen Viskosität bei 25°C in Dichlormethan und einer Konzentration von 0,5 g Polycarbonat/100 ml Dichlormethan) von 12.000 bis 400.000, vorzugsweise von 23.000 bis 80.000 und insbesondere von 24.000 bis 40.000.

Erfindungsgemäße Formkörper aus den erfindungsgemäßen hochreinen Polycarbonat-Substraten sind insbesondere Verschleißungen für Kraftfahrzeuge und Streu-
15 scheiben für Automobil-Reflektoren, bei denen eine hohe Lichttransmission ohne Störstellen im Formteil von enormer Wichtigkeit sind. Hergestellt werden diese Formkörper durch Spritzgußverfahren, Extrusionsverfahren und Extrusions-Blasformverfahren unter Verwendung des erfindungsgemäßen Polycarbonats mit dem geeigneten Molekulargewicht.
20

Die erfindungsgemäßen Formkörper und Folien zeichnen sich durch eine extrem niedrige Fehlerrate beim Folien-Laser-Scan-Test und eine extrem niedrige Trübung von weniger als 0,5 %, insbesondere 0,4 % der Trübungsmessung aus. Die
25 erfindungsgemäßen Formkörper weisen weniger als 300, insbesondere weniger als 250, bevorzugt weniger als 150 Störstellen pro m² gemessen an einer 200 µm Extrusionsfolie auf.

Die nachfolgende Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung. Die Erfindung ist
30 nicht auf die Beispiele beschränkt.

Beispiele

Zur Herstellung der Polycarbonate wird eine wäßrige Natriumbisphenolat/Dinatrium-1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3-dimethyl-5-methylcyclohexanonlösung

- 5 (57 Mol-%:43 Mol-%) aus 1,1- Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3-dimethyl-5-methylcyclohexanon (wird vor dem Lösevorgang in einem Rührkessel durch 5maliges Vakuumziehen und Bestickstoffen vom Restsauerstoff befreit) und Natronlauge unter Sauerstoffausschluß aufgelöst und diese, mit einer Lösung von BPA (BPA wird als Schmelze kontinuierlich mit Natronlauge zusammengebracht) in Natronlauge
- 10 unter Sauerstoffausschluß gemischt. Die eingesetzte Natronlauge weist unterschiedliche Konzentrationen und Reinheiten (s. Tab.1) auf, wobei zur Lösung der Bisphenole die Ursprungs-Natronlauge noch weiter auf eine 6,5%ige Natronlauge verdünnt wird. Diese Natriumdibisphenolatlösung wird nun über einen 0,6 µm Filter
- 15 filtriert und in die Polycarbonatreaktion eingesetzt. Nach der Reaktion wird die Reaktionslösung über einen 1,0 µm Beutefilter filtriert und der Wäsche zugeführt. Hier wird mit 0,6%iger Salzsäure gewaschen und anschließend mit filtriertem VE-
- 20 Wasser noch 5 mal nachgewaschen. Die organische Lösung wird von der wäßrigen abgetrennt und nach dem Erwärmen der organischen Lösung auf 55°C zuerst mit 0,6 µm Filter und anschließend über ein 0,2 µm Filter filtriert. Nach der Isolierung wird das Poly-1,1-bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3-dimethyl-5-methylcyclohexanon-co-2,2-bis-(4-hydroxyphenyl)-propancarbonat erhalten. Das erhaltene Polycarbonat weist ein mittleres Molekulargewicht M_w von 31.000 auf.

Tabelle 1

Qualität Natronlauge			
	1	2	3
% NaOH	50	50	32 %
Fe (ppm)	0,7	0,46	0,02
Ca (ppm)	2,0	0,4	< 0,1
Mg (ppm)	0,5	0,2	< 0,1
Ni (ppm)	0,2	0,2	< 0,01
Cr (ppm)	0,4	0,25	< 0,01
Zn (ppm)	0,1	0,05	0,06
Summe (ppm)	3,9	1,56	< 0,3

Conc. in 100 % NaOH	1	2	3
Fe (ppm)	1,4	0,9	0,06
Ca (ppm)	4,0	0,8	< 0,3
Mg (ppm)	1,0	0,4	< 0,3
Ni (ppm)	0,4	0,4	< 0,03
Cr (ppm)	0,8	0,5	< 0,03
Zn (ppm)	0,2	0,1	0,19
Summe (ppm)	7,8	3,1	< 0,9

- 5 Die Filterstandzeiten für verschiedene Filterstandorte betragen für die einzelnen Fälle:

Tabelle 2

	Natronlauge hergestellt aus Versuch		
Filterstandzeiten	1	2	3
Vor der Reaktion 0,6 µa-Filter	12 h	10 d	30 d
Nach der Reaktion 1,0 µa-Filter	24 h	30 d	> 60 d
Endfilter1 = 0,6 µa-Filter Endfilter2 = 0,2 µa-Filter	12 h	3 d	21 d

Aus den Polycarbonaten hergestellt mit Natronlauge aus Versuch 1 bis 3 werden nun
 5 Folien extrudiert und diese, mittels der bekannten Methode, einem Folien-Laser Scan
 Test unterzogen. Die Extrusionsfolie ist 200 µm dick und 60 mm breit. Ein He-Ne-
 Laser ("Spotdiameter" von 0,1 mm) tastet die Folie, mit einer Scanfrequenz von
 5000 Hz in der Breiterichtung und einer Transportgeschwindigkeit von 5 m/s in der
 Längsrichtung, ab. Dabei werden alle Störstellen, die eine Streuung des durch-
 10 gehenden Laserstrahls (ab 0,10 mm Durchmesser) bewirken, durch einen Photo-
 multiplifier detektiert und softwaremäßig gezählt. Die Anzahl optische Störstellen pro
 kg Polycarbonat bzw. pro m² Folie, ist ein Maß für die Oberflächenqualität dieser
 Folie bzw. Reinheit des PCs.

Auswertung Extrusionsfolie mit Laserscanner			
	PC hergestellt mit Natronlauge aus Versuch		
# pro m ² Oberfläche	1	2	3
0,10 - 0,30 mm	194	99	53
>0,30 mm	216	128	72
Summe	410	227	125

Aus den Polycarbonaten hergestellt mit Natronlauge aus den Versuchen 1 bis 3 werden Massivplatten für Automobilverscheibung und Scheinwerfer hergestellt. Die mit Natronlauge aus Versuch 3 hergestellten Polycarbonate weisen einen geringeren Blendlichtanteil und eine höhere Lichtausbeute auf.

5

Aus den Polycarbonaten unterschiedlicher Qualitätsgüte werden Farbmusterplättchen hergestellt. Die Farbmusterplättchen weisen, nach ASTM D1003, eine unterschiedliche Trübung aus wobei die Farbmusterplättchen (4 mm Dicke), die mit Natronlauge aus Versuch 3 hergestellten Polycarbonaten, weisen eine besonders niedrige Trübung von 0,4 % aus, was in der Anwendung als Verscheibung/ Streulichtscheibe zu geringerer diffuse Lichtstreuung führt.

10

Patentansprüche

1. Polycarbonat-Substrate hergestellt auf Basis von 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexanon mit einer Anzahl von weniger als 300 Störstellen pro m² gemessen an einer 200 µm Extrusionsfolie.
5
2. Polycarbonat-Substrate hergestellt auf Basis von 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexanon mit einer Anzahl von weniger als 250 Störstellen pro m² gemessen an einer 200 µm Extrusionsfolie.
10
3. Verwendung der Polycarbonat-Substrate wie in den vorgehenden Ansprüchen definiert zur Herstellung von Polycarbonat-Formkörpern.
4. Verfahren zur Herstellung von Polycarbonat-Formteilen mit niedrigem Störstellengehalt, dadurch gekennzeichnet, daß man Polycarbonat-Substrate wie in Anspruch 1 oder 2 definiert als Ausgangssubstrate einsetzt.
15
5. Formkörper hergestellt aus Polycarbonat auf Basis von 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexanon, mit einer Anzahl von weniger als 300 Störstellen pro m² gemessen an einer 200 µm Extrusionsfolie.
20
6. Formkörper gemäß Anspruch 5 mit einer Trübung von weniger als 0,5 %.
7. Scheiben hergestellt aus Polycarbonat auf Basis von 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexanon, mit einer Anzahl von weniger als 300 Störstellen pro m² gemessen an einer 200 µm Extrusionsfolie und einer Trübung von weniger als 0,5 %.
25
8. Platten hergestellt aus Polycarbonat auf Basis von 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexanon, mit einer Anzahl von weniger als 300
30

Störstellen pro m² gemessen an einer 200 µm Extrusionsfolie und einer Trübung von weniger als 0,5 %.

Polycarbonat-Substrate

Z u s a m m e n f a s s u n g

Beschrieben werden Polycarbonat-Substrate hergestellt auf Basis von 1,1-Bis-(4-hydroxyphenyl)-3,3,5-trimethylcyclohexanon sowie deren Verwendung zur Herstellung von Formkörpern mit besonders hoher Reinheit und extrem hoher Oberflächenbrillanz sowie die aus dem Polycarbonat-Substrat herstellbaren Formkörper.